



Detergen serbuk



© BSN 2010

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Mangala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar Isi

Daftar Isi	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup.....	1
2 Acuan normatif.....	1
3 Istilah dan definisi	1
4 Syarat mutu	1
5 Pengambilan contoh	2
6 Cara uji	2
7 Syarat lulus uji	15
8 Penandaan	15
9 Pengemasan.....	15
Lampiran A (informatif)	16
Lampiran B (informatif)	18
Lampiran C (informatif).....	19
Lampiran D (Informatif).....	20
Bibliografi.....	21

Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) Deterjen serbuk merupakan revisi dari SNI 06 – 4594 – 1998, Serbuk deterjen pencuci sintetis untuk rumah tangga.

Maksud dan tujuan dilakukan revisi SNI deterjen serbuk adalah menunjang program pemerintah dalam rangka pengembangan industri deterjen serta perlindungan terhadap produsen dan konsumen deterjen, menjamin mutu produk yang beredar di dalam negeri dengan syarat mutu yang ditetapkan dan meningkatkan daya saing produk dalam negeri dengan produk luar negeri

Standar ini disusun oleh Sub Panitia Teknis 71-01-S3, Deterjen yang telah dibahas melalui rapat teknis, dan disepakati dalam rapat konsensus pada tanggal 20 April 2010 di Jakarta. Hadir dalam rapat tersebut wakil dari konsumen, produsen, lembaga pengujian, lembaga ilmu pengetahuan dan teknologi, pakar dan instansi terkait lainnya. SNI ini juga telah melalui konsensus nasional yaitu jajak pendapat pada tanggal 28 Juli 2010 s.d 28 Agustus 2010 dan langsung disetujui menjadi Rancangan Akhir SNI (RASNI) untuk ditetapkan menjadi SNI



Deterjen serbuk

1 Ruang lingkup

Standar ini menetapkan syarat mutu dan cara uji deterjen serbuk yang digunakan untuk cucian yang sangat kotor dan cucian biasa menggunakan mesin cuci atau tangan.

Tidak berlaku untuk deterjen serbuk yang diformulasikan khusus untuk mencuci wol, deterjen berbusa rendah yang digunakan untuk mesin cuci dengan pintu depan serta serbuk pencuci dengan bahan utama sabun.

2 Acuan normatif

SNI 19-0428-1998, *Petunjuk pengambilan contoh padatan*

3 Istilah dan definisi

3.1

deterjen serbuk

deterjen sintetik berbentuk bubuk atau granul, terdiri dari rantai karbon $C_7 - C_{18}$ dengan gugus hidrofilik yang bukan karboksilat dengan tambahan zat lain, umumnya tersusun dengan bahan dasar pembentuk, pengisi dan surfaktan, mudah untuk dilarutkan, tidak berbahaya bagi kesehatan, mempunyai daya pelarut kotoran dengan hasil cucian tetap bersih

3.2

daya biodegradasi

tingkat kemudahan bahan terurai secara alamiah (dengan mikroorganisme)

3.3

surfaktan

komponen utama deterjen yang menyebabkan larutan pembersih dapat membasahi permukaan dengan menurunkan tegangan permukaan air

4 Syarat mutu

Persyaratan mutu deterjen serbuk tertera pada Tabel 1.

Tabel 1 - Syarat mutu deterjen serbuk

No	Parameter	Satuan	Persyaratan mutu
1.	pH, larutan 1,0%	-	9,5 – 11
2.	Bagian tidak larut dalam air	%	Maksimal 10
3.	Kadar surfaktan	%	Minimal 14
4.	Daya biodegradasi surfaktan	%	Minimal 80
5.	Phosphate	%	Maksimal 15

5 Pengambilan contoh

Mengacu pada SNI 19-0428-1998, *Petunjuk pengambilan contoh padatan* dengan melihat khusus untuk pengambilan contoh dalam bentuk curah atau butiran sesuai petunjuk yang dianjurkan.

6 Cara uji

6.1 Persiapan contoh uji

Contoh berupa serbuk, sebelum diambil untuk diuji harus diaduk terlebih dahulu sampai tercampur merata.

6.2 Parameter uji

6.2.1 pH

6.2.1.1 Prinsip

Mengukur derajat keasaman suatu larutan menggunakan alat pH meter.

6.2.1.2 Pereaksi

- Larutan buffer pH 7,0;
- Larutan buffer pH 12,0;
- Aquabides

6.2.1.3 Peralatan

- Neraca analitik dengan ketelitian empat angka dibelakang koma;
- pH meter;
- Labu ukur 100 ml;
- Gelas piala 50 ml; 100 ml;
- Pengaduk gelas.

6.2.1.4 Cara kerja

6.2.1.4.1 Kalibrasi pH meter

Kalibrasi pH meter dengan menggunakan larutan buffer berturut-turut pH 7,0 dan pH 12,0.

6.2.1.4.2 Penetapan pH

- a) Timbang 1,0 gram contoh dengan ketelitian $\pm 0,0100$ gram;
- b) Masukkan kedalam gelas piala 100 ml, tambah aquabides aduk hingga larut;
- c) Masukkan dalam labu ukur 100 ml, tambah aquabides tepatkan sampai tanda garis dan kocok;
- d) Tuang dalam gelas piala 50 ml;
- e) Ukur nilai pH menggunakan pH meter.

6.2.2 Bagian tidak larut dalam air

6.2.2.1 Prinsip

Bahan yang tidak larut dalam air dan tertinggal pada penyaring, dikeringkan dan ditimbang sampai berat tetap.

6.2.2.2 Peralatan

- Neraca analitik dengan ketelitian empat angka dibelakang koma;
- Lemari pengering;
- Labu ukur 250 ml;
- Pompa vakum;
- Eksikator;
- Penyaring dengan ukuran porositas maksimal 200 µm

6.2.2.3 Cara kerja

- a) Timbang ± 2 g contoh uji dengan teliti, masukkan kedalam labu ukur 250 ml;
- b) Tambah air suling, kocok hingga larut, tepatkan sampai tanda garis;
- c) Saring menggunakan penyaring yang telah diketahui berat tetapnya;
- d) Cuci dengan air suling panas;
- e) Keringkan penyaring beserta endapan dalam lemari pengering pada suhu 105 °C selama 1 jam. Angkat, masukkan dalam eksikator, timbang;
- f) Ulangi sampai berat tetap.

6.2.2.4 Perhitungan

$$\text{Bagian tidak larut dalam air (\%)} = \frac{W_2 - W_1}{W} \times 100\%$$

Keterangan:

W adalah berat contoh uji, gram;
 W_1 adalah berat penyaring kosong, gram;
 W_2 adalah berat penyaring berisi endapan, gram.

6.2.3 Kadar surfaktan

6.2.3.1 Kadar surfaktan anionik

6.2.3.1.1 Prinsip

Penetapan surfaktan dalam suatu media terdiri dari suatu fase cair atau air dan fase kloroform atau diklorometana melalui titrasi dengan suatu larutan standar *volumetric benzethonium chloride (hyamine 1622)* menggunakan indikator campuran kationik (*dimidium bromide*) dan anionik (*acid blue*).

6.2.3.1.2 Pereaksi

- a) Kloroform atau diklorometana;
- b) Larutan H_2SO_4 0,1N;
 Tambahkan dengan hati-hati 4,9 g H_2SO_4 p.a, pada temperatur 20 °C ke dalam 300 ml air suling, encerkan hingga 1 000 ml;

- c) Indikator *phenophtalein* 0,1 %:
larutkan 0,1 gram indikator *phenophtalein* ke dalam 100 ml ethanol 95 % (v/v).
- d) Indikator Campuran:
- 0,1 g *erioglancin A* dilarutkan dalam 15 ml H₂SO₄ pekat.
- 0,2 g *dimidium bromide*.
Keduanya dicampurkan dalam labu ukur 200 ml dan tepatkan sampai tanda garis dengan air suling.
- e) Larutan *hyamine* 0,003 M
Timbang 1,7 g *hyamine* 1622 yang sebelumnya sudah dikeringkan dalam oven pada suhu 105 °C selama 2 jam. Larutkan dengan aquabides 1 liter. Molaritasnya ditetapkan dengan menggunakan larutan *Sodium Lauryl Sulfat* (SLS) 0,003 M.

Cara pembuatan Larutan *Sodium Lauryl Sulfat* (SLS) 0,003 M:

Timbang 0,2 g *Sodium Lauryl sulfat*, larutkan ke dalam aquabides 250 ml.

$$M = \frac{\text{gram SLS} \times fp}{Mr \text{ SLS}} \times \frac{\text{kemurnian SLS}}{100}$$

Keterangan:

fp adalah faktor pengenceran

Mr adalah Massa molekul relatif surfaktan

6.2.3.1.3 Peralatan

- Labu ukur bertutup volume 200 ml, 250 ml, 1 000 ml;
- Gelas piala volume 50 ml;
- Pipet volume 10 ml, 25 ml;
- Buret otomatis volume 20 ml, 25 ml, 50 ml;
- Alat titrasi dilengkapi pengaduk;
- Neraca analitik dengan ketelitian empat angka dibelakang koma;
- Pengering;
- Erlenmeyer tutup asah volume 300 ml;
- Botol titrasi khusus.

6.2.3.1.4 Cara kerja

- a) Timbang ± 1 g contoh dengan ketelitian empat angka dibelakang koma, larutkan dalam air panas 50 ml;
- b) Pindahkan ke dalam labu ukur 250 ml, tepatkan dengan air suling sampai tanda batas. Kocok larutan sampai homogen;
- c) Pipet 10 ml larutan tersebut, masukkan ke dalam botol titrasi khusus lalu tambahkan 10 ml air suling dan 1 – 2 tetes larutan penunjuk phenolphthalein 0,1%;
- d) Netralkan dengan menggunakan H₂SO₄ 0,1 N sampai warna merah jambu hampir hilang. Tambahkan 15 ml kloroform atau diklorometana dan 10 ml larutan penunjuk campuran, kocok kuat-kuat.
- e) Tutup botol titrasi khusus, kemudian biarkan beberapa saat;
- f) Titar dengan larutan *hyamine* 1622 0,003 M sampai warna larutan kloroform atau diklorometana berubah dari merah jambu sampai menjadi abu-abu kebiruan (kalau warnanya biru artinya kelebihan).

6.2.3.1.5 Perhitungan

$$\text{Kadar surfaktan anionik, \%} = \frac{V \times M \times fp \times Mr}{W} \times 100\%$$

Keterangan:

V adalah jumlah larutan *hyamine*;
M adalah molaritas larutan *hyamine*, mol/liter;
W adalah berat contoh, mg;
fp adalah faktor pengenceran;
Mr adalah Massa molekul relatif surfaktan.

6.2.3.2 Kadar surfaktan nonionik

JIS K3362:1990

6.2.3.2.1 Analisa kualitatif surfaktan nonionik

6.2.3.2.1.1 Prinsip:

Uji ini hanya untuk surfaktan nonionik dari seri polyoxyethylene. Metode ini tidak mempengaruhi surfaktan anionik.

6.2.3.2.1.2 Pereaksi:

- Larutan Sodium Phosphomolybdate (10 w/v %). Larutkan 10 gr Sodium Phosphomolybdate dalam air sehingga dihasilkan 100 ml larutan
- Larutan Barium klorida (10 w/v %).
- Asam klorida (1 + 10). Persiapan dengan menggunakan asam klorida

6.2.3.2.1.3 Cara kerja:

- Ambil 5 mL larutan 1 w/v % (atau 1 v/v %) ke dalam tabung reaksi, tambahkan 10 ml asam klorida (1 + 10) dan 10 mL larutan barium klorida kemudian panaskan
- Saring jika ada kekeruhan atau endapan dan tambahkan 1 mL larutan sodium phosphomolybdate (10 w/v %) kedalam filtratnya.
- Jika surfaktan nonionik maka terjadi endapan kekuning-kuningan

6.2.3.2.2 Analisa kuantitatif surfaktan nonionik

6.2.3.2.2.1 Prinsip

Dengan menggunakan resin penukar anionik dan resin penukar kationik, bahan aktif permukaan anionik dan bahan aktif permukaan kationik dipisahkan dan bahan aktif permukaan nonionik yang dielusi dihitung

6.2.3.2.2.2 Pereaksi

- Etanol yang diperoleh dengan cara:
 - Timbang kira-kira 5 g \pm 1 mg contoh ke dalam erlenmeyer tutup asah 300 ml, tambahkan 100 ml etanol 95%, panaskan di dalam *shaker waterbath* sambil diaduk selama 30 menit sampai larut
 - Kemudian saring larutan dalam keadaan hangat menggunakan saringan gelas, dan tambahkan 50 ml etanol 95% ke dalam residu dalam erlenmeyer untuk melarutkan,

selanjutnya saring larutan dalam keadaan hangat menggunakan saringan gelas, dan cuci erlenmeyer dan saringan gelas dengan etanol panas. Dinginkan sampai suhu ruang, pindahkan filtrat dan dan cuci ke dalam labu takar 250 ml, encerkan sampai tanda batas. Dari sini, pisahkan masing-masing sebanyak 100 ml ke dalam 2 (dua) buah gelas piala yang telah diketahui beratnya menggunakan pipet

- b) Resin penukar kation asam kuat. Resin penukar ion asam ku at tingkat bentuk jembatan lemah (tipe H)
- c) Resin penukar anion basa kuat. Resin penukar ion basa kuat tingkat bentuk jembatan lemah (tipe OH)

Acuan informatif: Nama-nama resin penukar ion di pasaran:

- a) Resin penukar kation asam kuat: Dowex 50 WX 2, Dowex 50 WX 4, Amberlite XE-100, Dia ion SK 102, SK 104 dan lain-lain. Ukuran grain 297 m-149 m
- b) Resin penukar anion basa kuat: Dowex 1 X 2, Dowex 1 X 4, Amberlite IRA-401, Dia ion SA 101 dan lain-lain. Ukuran grain 297 m-149 m

6.2.3.2.2.3 Peralatan

- Lemari pengering
- Tube untuk kolom kromatografi. Diameter 1 cm dan panjang kira-kira 30 cm. Bagian bawah diisi dengan *glass wool*
- Gelas piala volume 500 ml;
- Corong pemisah volume 100 ml
- Pemisah kolom. Alirkan resin penukar ion menggunakan etanol 95% masing-masing ke dalam tube kolom untuk mengisi, dan buat sampai ketinggian 15 cm-20 cm. Kolom diisi dengan resin penukar kation asam kuat pada bagian atas, dan kolom diisi dengan resin penukar anion basa lemah pada bagian bawah

6.2.3.2.2.4 Cara kerja

Cara kerja dilakukan sesuai dengan Lampiran D (Informatif) Sistem pemisahan

- a) Masukkan 100 ml larutan etanol yang diperoleh dari 6.2.3.2.2.2 a) ke dalam corong pemisah, alirkan perlahan-lahan dari corong pemisah ke dalam kolom dan tampung eluen ke dalam gelas piala 500 ml
- b) Alirkan etanol 95% sebanyak 200 ml-250 ml untuk mencuci bagian dalam kolom , bersama-sama dengan eluen, panaskan dalam water bath untuk menghilangkan etanol, letakkan ke dalam oven yang telah diatur pada suhu $(105 \pm 2) ^\circ\text{C}$, keringkan dan timbang hingga berat tetap

6.2.3.2.2.5 Perhitungan

$$\text{Kadar surfaktan nonionik, \%} = \frac{A \times \frac{250}{100}}{S} \times 100 - D = \frac{A \times 250}{S} - D$$

Keterangan:

A adalah banyaknya *eluen*, g

S adalah berat contoh, mg;

D adalah kadar kelarutan petroleum eter, %

6.2.4 Daya biodegradasi surfaktan

6.2.4.1 Prinsip

Sejumlah inokulum mikroba diinokulasikan ke dalam medium mineral yang telah ditambah bahan uji surfaktan 10 - 40 mg DOC/L, kemudian diaerasi dan diinkubasi dalam ruang gelap pada suhu $(22 \pm 2) ^\circ\text{C}$. Analisis DOC dilakukan setiap interval waktu tertentu selama 28 hari. Biodegradabilitas dihitung atas dasar persentase rata-rata dari pengurangan konsentrasi DOC selama fase degradasi (dikoreksi dengan kontrol inokulum blanko). Bahan pembanding dalam uji biodegradabilitas ini, dapat digunakan salah satu dari tiga bahan kimia berikut: natrium benzoat, anilin atau natrium asetat.

6.2.4.2 Bahan

- a) air suling;
air yang tidak mengandung karbon organik terlarut lebih dari 10 mg/L.
- b) larutan induk bahan uji surfaktan;
- c) larutan induk bahan pembanding;
bahan pembanding yang digunakan: natrium benzoat, anilin atau natrium asetat yang memiliki kualitas *pa*;
- b) inokulum mikroba;
Inokulum mikroba dapat diperoleh dari lumpur aktif yang berasal dari tanah, sungai, limbah, efluen sekunder (hasil olahan limbah domestik dari proses biologi) atau dari kultur laboratorium.
- e) 4 jenis larutan induk medium mineral;
bahan-bahan kimia yang digunakan untuk pembuatan masing-masing larutan induk harus memiliki kualitas *pa*.
Cara pembuatan dari masing-masing larutan induk medium mineral adalah sebagai berikut:

1) Larutan induk A

Larutkan 8,50 g Monopotassium dihydrogen orthophosphate, KH_2PO_4 , 21,75 g Dipotassium monohydrogen orthophosphate, K_2HPO_4 , 33,40 g Disodium monohydrogen orthophosphate dihydrate, $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dan 0,50 g Ammonium chloride, NH_4Cl dalam air suling dan encerkan hingga volume 1000,0 mL. pH larutan akan menjadi 7,4. Bila tidak, maka diatur pada $7,4 \pm 0,2$ dengan penambahan HCl 0,1 N atau NaOH 0,1 N.

2) Larutan induk B

Larutkan 27,50 g Calcium chloride dihydrate, CaCl_2 atau 36,40 g Calcium chloride dihydrate, $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dalam air suling dan encerkan hingga volume 1000,0 mL.

3) Larutan induk C

Larutkan 22,50 g Magnesium sulphate heptahydrate, $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dalam air suling dan encerkan hingga volume 1000,0 mL.

4) Larutan induk D

Larutkan 0,25 g Besi (III) klorida heksahidrat, $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dalam air suling dan encerkan hingga volume 1000,0 mL.

CATATAN 1 Untuk menghindari terjadinya kontaminasi terhadap larutan-larutan induk tersebut, tambahkan 1 tetes larutan HCl encer atau 0,4 g EDTA per liter larutan.

CATATAN 2 Jika terdapat endapan dalam larutan induk, gantilah dengan larutan induk yang baru.

6.2.4.3 Peralatan

- a) labu *Erlenmeyer* berukuran 300 mL dan 2 000 mL yang sudah disterilisasi;
- b) pipet volumetrik 1 mL dan 10 mL;
- c) botol sampel;
- d) alat pengaduk magnetik (*stirer*);
- e) timbangan analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
- f) alat pengocok (*shaker*);
- g) alat penyaring, lengkap dengan membran filter berukuran 0,2 μm - 0,45 μm ;
- h) saringan kasar;
- i) alat sentrifugasi;
- j) alat ukur oksigen terlarut (DO meter);
- k) pH meter; dan
- l) *TOC Analyzer*.

6.2.4.4 Prosedur

6.2.4.4.1 Persiapan

6.2.4.4.1.1 Persiapan larutan induk bahan uji surfaktan

- a) Masukkan surfaktan yang setara dengan 10 g - 40 g karbon organik terlarut ke dalam *Erlenmeyer* ukuran 2 000 mL;
- b) Tambahkan 1 000 mL air suling, kemudian aduk hingga homogen.

CATATAN Jumlah karbon organik terlarut dalam contoh uji dapat diketahui dari formula atau dari hasil pengujian.

6.2.4.4.1.2 Persiapan larutan induk bahan pembanding

- a) Masukkan bahan pembanding yang setara dengan 10 g - 40 g karbon organik terlarut ke dalam *Erlenmeyer* ukuran 2000 mL;
- b) Tambahkan 1000 mL air suling, kemudian aduk hingga homogen.

6.2.4.4.1.3 Persiapan medium mineral

- a) Masukkan 10 mL larutan induk A ke dalam *Erlenmeyer* ukuran 2 000 mL;
- b) Tambahkan 800 mL air suling, kemudian aduk hingga homogen;
- c) Tambahkan larutan induk B; induk C dan induk D masing-masing 1 mL, kemudian tambahkan kembali air suling sampai volumenya menjadi 1 000 mL.

6.2.4.4.1.4 Persiapan inokulum

Tahapan dalam persiapan inokulum mikroba adalah sebagai berikut: (Lampiran B)

- a) Pisahkan partikel-partikel kasar dari contoh uji lumpur aktif dengan cara penyaringan;
- b) Suspensi lumpur aktif yang telah dipisahkan dari partikel kasar, diendapkan selama 30 menit atau disentrifugasi pada putaran 100 x g selama 10 menit;
- c) Endapan dipisahkan, kemudian endapan ditambahkan ke dalam medium mineral sampai kandungan padatan tersuspensi 3 - 5 g MLSS/L atau jumlah mikroba 10^7 - 10^8 sel/L;
- d) Homogenkan padatan tersuspensi dengan alat blender pada kecepatan sedang selama 2 menit, kemudian diendapkan selama \pm 30 menit;
- e) Supernatan dipisahkan dan digunakan sebagai inokulum mikroba;
- f) Sebelum digunakan, supernatan tersebut diaerasi selama 5 - 7 hari pada suhu yang sama dengan suhu pengujian.

CATATAN 1 Analisis MLSS dilakukan menurut *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 21st Edition, 2005: Fixed and Volatile Solids Ignited at 550 °C (2540 E)*.

CATATAN 2 Metoda perhitungan mikroba dilakukan menurut *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 21st Edition, 2005: Pour Plate method (9215B)*.

CATATAN 3 Sumber inokulum mikroba disarankan berasal dari lumpur aktif limbah domestik.

6.2.4.4.1.5 Persiapan medium uji

Siapkan 5 atau 7 buah labu *Erlenmeyer* 300 mL, kemudian beri kode yang berbeda sesuai peruntukannya dalam pengujian. Pemberian kode pada masing-masing labu dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2 – Pengkodean labu sesuai peruntukannya dalam pengujian

No Labu	Kode	Medium mineral ditambah
1	(A)	bahan uji surfaktan dan inokulum (sebagai perlakuan uji biodegradasi) inokulum (sebagai blanko inokulum)
2	(B)	
3	(C)	
4	(D)	
5	(E)	bahan pembanding dan inokulum (sebagai kontrol prosedur)
Bila diperlukan		
6	(F)	bahan uji surfaktan, bahan pembanding dan inokulum (sebagai kontrol toksisitas bahan uji)
7	(G)	bahan uji surfaktan beserta mediumnya yang telah disterilkan (sebagai kontrol biodegradasi abiotik)

Persiapan medium uji untuk masing-masing labu adalah sebagai berikut: (Lampiran C)

- Masukkan 100 mL larutan medium mineral (6.2.4.4.1.3) pada masing - masing labu;
- Masukkan 1 mL larutan induk bahan uji surfaktan (6.2.4.4.1.2) pada labu (A) dan (B), dan 1 mL larutan induk bahan pembanding (6.2.4.4.1.1) pada labu (E), sedangkan labu (C) dan (D) tidak ditambah contoh uji surfaktan maupun larutan pembanding;
- Periksa pH larutan, dan atur pada nilai $7,4 \pm 0,2$;
- Bila diperlukan uji kontrol toksisitas bahan uji dan uji degradasi abiotik, lakukan kembali pekerjaan pada butir a) sampai c) terhadap labu (F) dan labu (G). Namun perlakuan pada butir b) berbeda, yaitu:
 - terhadap labu F: ditambah 1 mL larutan induk bahan uji surfaktan dan 1 mL larutan induk bahan pembanding.
 - terhadap labu (G) : ditambah 1 mL larutan induk bahan uji surfaktan, kemudian disterilkan. Sterilisasi dilakukan dengan cara penyaringan melalui membran ukuran $0,2 \mu\text{m}$.

6.2.4.4.2 Pengerjaan pengujian

6.2.4.4.2.1 Inokulasi, aerasi dan inkubasi

- a) Pipet inokulum mikroba (6.2.4.4.1.4), masukkan ke dalam labu (A); (B); (C); (D) dan (E) masing-masing 10 mL;

CATATAN Bila dilakukan uji kontrol toksisitas bahan uji, lakukan juga penambahan inokulum mikroba terhadap labu (F)

- b) Tambah medium mineral sampai volume larutan 200 mL pada masing-masing labu;

CATATAN Bila dilakukan uji degradasi abiotik, lakukan juga penambahan medium mineral pada labu (G)

- c) Takukan pengadukan terhadap masing-masing labu, hingga homogen;
- d) Ambil ± 5 mL contoh uji segera dari masing-masing labu untuk analisis DOC awal sebelum terjadi biodegradasi, kemudian tutup dengan kapas dan aluminium foil;
- e) Lakukan aerasi terhadap masing-masing larutan dalam labu dengan alat pengocok (*shaker*);
- f) Inkubasi semua labu dalam ruangan pada suhu $(22 \pm 2) ^\circ\text{C}$ selama 28 hari.

CATATAN Padatan tersuspensi dalam larutan, setelah penambahan inokulum mikroba tidak lebih dari 30 mg/L.

6.2.4.4.2.2 Frekwensi pengambilan contoh uji

- a) Pengambilan contoh uji pada semua labu dilakukan pada awal (hari ke-0) hingga hari ke 28, kecuali labu E (uji bahan pembanding) dan labu F (uji kontrol toksisitas) dilakukan hingga hari ke 14;
- b) Frekwensi pengambilan contoh uji secara tepat tidak dapat ditentukan secara pasti, namun untuk memperoleh grafik biodegradasi yang baik dengan jumlah analisis DOC yang relatif sedikit, dapat dilakukan beberapa hal yang berhubungan dengan frekwensi pengambilan contoh uji, yaitu:
 - 1) Jika segera dilakukan analisis DOC terhadap contoh uji, maka pengambilan contoh uji pada frekwensi ke 2 dan selanjutnya dapat diperkirakan berdasarkan hasil analisis DOC yang pertama.
 - 2) Jika dilakukan penyimpanan terhadap contoh uji yang telah diawetkan pada suhu $-18 ^\circ\text{C}$, maka:
 - (a) Lakukan pengambilan contoh uji, 1 - 2 hari sekali. Awali analisis DOC terhadap contoh uji yang terakhir (contoh hari ke 28), kemudian diikuti dengan contoh uji lain dengan urutan waktu pengambilan secara mundur.
 - (b) Jika hasil analisis DOC pada hari ke 28 tidak menunjukkan adanya degradasi, maka contoh uji lainnya tidak perlu dianalisis.

6.2.4.4.2.3 Pengambilan contoh uji untuk analisis DOC

- a) Matikan alat pengocok saat akan dilakukan pengambilan contoh uji dan hidupkan kembali setelah dilakukan pengambilan contoh uji;
- b) Bersihkan bahan-bahan yang menempel pada masing-masing dinding labu *Erlenmeyer* dengan alat pengaduk;
- c) Pipet ± 5 mL larutan dari masing-masing labu, kemudian tuangkan masing-masing contoh uji ke dalam botol uji yang berbeda;
- d) Lakukan penyaringan terhadap contoh uji melalui membran filter $0,45 \mu\text{m}$;

- e) Lakukan segera analisis DOC terhadap supernatan contoh uji hasil penyaringan. Bila contoh uji tidak segera dianalisis, simpan pada suhu 4°C maksimum 48 jam atau pada suhu dibawah -18°C untuk waktu yang lebih lama;

6.2.4.5 Pernyataan hasil

6.2.4.5.1 Perhitungan hasil biodegradasi

- Seluruh data hasil uji, dicatat dalam lembar data (Lampiran A);
- Hitung persentase degradasi bahan uji surfaktan (D_t) pada labu A dan labu B pada masing-masing waktu pengambilan contoh uji. Perhitungan dilakukan dengan menggunakan persamaan berikut ini:

$$D_t = \left(1 - \frac{C_t - C_{b(t)}}{C_o - C_{b(o)}} \right) \times 100\%$$

Keterangan:

- D_t adalah % degradasi pada waktu t;
 C_o adalah nilai rata-rata konsentrasi DOC dalam labu A dan labu B, pada awal sebelum terjadi biodegradasi atau hari ke-0, (mg DOC/L);
 C_t adalah nilai rata-rata konsentrasi DOC dalam labu A dan labu B pada waktu t, (mg DOC/L);
 $C_{b(o)}$ adalah nilai rata-rata konsentrasi DOC dalam labu C dan labu D pada awal sebelum diaerasi atau hari ke-0, (mg DOC/L);
 $C_{b(t)}$ adalah rata-rata dari konsentrasi DOC dalam labu C dan labu D pada waktu t, (mg DOC/L).
- Tampilkan persentase degradasi per satuan waktu dalam bentuk grafik. Hitung dan laporkan persentase pengurangan konsentrasi DOC pada akhir kisaran 10-d dan pada akhir pengujian (28 hari);
 - Hitung persentase biodegradasi bahan pembanding dengan rumus berikut :

$$\% \text{ degradasi bahan pembanding} = \frac{R_{(o)} - R_{(t)}}{R_{(o)}} \times 100\%$$

Keterangan:

- $R_{(o)}$ adalah konsentrasi DOC dalam labu E pada hari ke-0, (mg DOC/L);
 $R_{(t)}$ adalah konsentrasi DOC dalam labu E pada hari ke-t, (mg DOC/L).

CATATAN Hari ke t dalam perhitungan persentase biodegradasi bahan pembanding, maksimal hari ke 14.

- Jika dilakukan uji kontrol toksisitas bahan uji, hitung persentase biodegradasi dengan rumus berikut:

$$\% \text{ biodegradasi} = \frac{T_{(o)} - T_{(t)}}{T_{(o)}} \times 100\%$$

Keterangan:

- $T_{(o)}$ adalah konsentrasi DOC dalam labu F pada hari ke-0, (mg DOC/L);
 $T_{(t)}$ adalah konsentrasi DOC dalam labu F pada hari ke-t, (mg DOC/L).

CATATAN Hari ke t, maksimal hari ke 14.

- f. Jika dilakukan uji kontrol degradasi abiotik, hitung persentase degradasi abiotik dengan rumus berikut:

$$\% \text{ degradasi abiotik} = \frac{C_{s(o)} - C_{s(t)}}{C_{s(o)}} \times 100\%$$

Keterangan:

- $C_{s(o)}$ adalah konsentrasi DOC dalam labu G pada hari ke-0, (mg DOC/L);
 $C_{s(t)}$ adalah konsentrasi DOC dalam labu G pada hari ke-t, (mg DOC/L).

6.2.5 Uji kadar fosfat total

6.2.5.1 Prinsip

Polifosfat dalam larutan contoh uji dihidrolisis dengan asam sulfat menjadi ortofosfat. Ortofosfat yang terbentuk kemudian direaksikan dengan larutan pereaksi molibdat membentuk kompleks biru molibdenum. Setelah tahap ekstraksi dengan isobutanol kompleks biru molibdenum diukur secara spektrofotometri pada panjang gelombang 690 nm.

6.2.5.2 Bahan

- a) Air bebas mineral;
- b) Larutan pereaksi molibdat disiapkan dari larutan asam sulfat, amonium molibdat, kalium antimonitrat, dan asam askorbat sebagai berikut:
 - 1) Larutan A, asam sulfat (H_2SO_4) – Tambahkan dengan hati-hati sambil didinginkan, 140 mL asam sulfat pekat pada 900 mL air bebas mineral dan dinginkan pada suhu kamar.
 - 2) Larutan B, amonium molibdat ($(NH_4)_6Mo_7O_{24}$) – Larutkan 15,00 g amonium molibdat dalam 500 mL air bebas mineral. Simpan di tempat yang terlindung dari cahaya.
 - 3) Larutan C, asam askorbat – Larutkan 13,50 g asam askorbat dalam 250 mL air bebas mineral. Simpan pada suhu 4 °C. Larutan ini hanya bisa dipakai maksimal 1 minggu.
 - 4) Larutan D, kalium antimonitrat ($K(SbO)C_4H_4O_6$) – Larutkan 0,35 g kalium antimonitrat dalam 500 mL air mineral. Simpan pada suhu 4 °C di tempat yang terlindung dari cahaya.
- c) Campurkan secara berurutan 125 mL larutan A, 50 mL larutan B, 50 mL larutan C dan 25 mL larutan D. Larutan campuran pereaksi molibdat ini berwarna kuning. Biarkan hingga mencapai suhu kamar sebelum digunakan. Larutan tidak dapat digunakan jika larutan tersebut berwarna biru atau kehijauan. Hal ini menunjukkan adanya kontaminasi fosfat. Larutan campuran pereaksi molibdat ini harus disiapkan dalam keadaan segar setiap kali akan digunakan.
- d) kalium dihidrogen fosfat, KH_2PO_4 (anhidrat), p.a;
- e) isobutanol, $i-C_4H_9OH$ p.a;
- f) etanol, C_2H_5OH p.a;
- g) asam sulfat pekat, H_2SO_4 p.a ; dan
- h) asam sulfat, H_2SO_4 1N.

6.2.5.3 Peralatan

- a) Spektrofotometer Sinar Tampak ;
- b) labu ukur 25,0 mL; 50,0 mL; 100,0 mL; 250 mL; 500,0 mL dan 1000,0 mL;
- c) gelas ukur 10 mL; 25 mL; 50 mL; 100 mL; 250 mL; 500 mL dan 1 000 mL;
- d) gelas piala 10 mL; 25 mL; 50 mL; 100 mL; 250 mL; 500 mL; 1 000 mL dan 2 000 mL;

- e) timbangan analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
- f) pipet volumetrik 2 mL; 5 mL; 10,0 mL dan 25,0 mL; atau buret
- g) corong pisah; dan
- h) oven.

6.2.5.4 Persiapan pengujian

6.2.5.4.1 Pembuatan larutan induk fosfat 100 mg P/L (100 µg P/mL)

- a) Keringkan kalium dihidrogen fosfat (anhidrat) pada suhu 105 °C selama 1 jam.
- b) Larutkan $0,4394 \pm 0,0002$ g KH_2PO_4 dalam labu ukur 1000,0 mL.
- c) Tambahkan air bebas mineral sampai tepat pada tanda tera dan dihomogenkan.

CATATAN Larutan induk fosfat yang digunakan dapat diperoleh dari larutan induk fosfat siap pakai yang diperdagangkan.

6.2.5.4.2 Pembuatan larutan baku 1,00 mg P/L

- a) Pipet 10 mL larutan induk ke dalam labu ukur 1000,0 mL
- b) Tambahkan air bebas mineral sampai tepat pada tanda tera dan dihomogenkan.

6.2.5.4.3 Pembuatan kurva kalibrasi

- a) Pipet sebanyak 10,0 mL; 20,0 mL; 30,0 mL; 40,0 mL dan 50,0 mL larutan baku ke dalam corong pisah 250 mL yang berbeda, masing-masing berisi air bebas mineral sebanyak 50 mL.

CATATAN Perlakuan ini dapat juga menggunakan buret.

- b) Tambahkan air bebas mineral ke dalam masing-masing corong pisah hingga volumenya mencapai 100 mL. Untuk larutan blanko tambahkan 100 mL air bebas mineral ke dalam corong pisah lainnya.
- c) Tambahkan 20 mL larutan pereaksi molibdat perlahan-lahan pada masing-masing larutan dari langkah 3.4.3 b), tutup dan kocok corong pisah hingga homogen.
- d) Diamkan corong pisah selama 10 – 15 menit
- e) Tambahkan 40 mL isobutanol secara perlahan, dan kocok selama 60 ± 10 detik. Diamkan corong pisah selama 5 – 10 menit untuk memisahkan dua lapisan.
- f) Buang lapisan airnya; pindahkan lapisan isobutanol ke dalam labu ukur 50 mL, bilas dinding corong pisah dengan 5 mL etanol.
- g) Encerkan ekstrak dengan etanol hingga tanda tera, kemudian homogenkan.
- h) Ukur serapan ekstrak pada langkah g) pada panjang gelombang 690 nm dalam kuvet 1 cm. Pengukuran serapan harus dilakukan dalam waktu paling lama 1 jam setelah pembentukan warna.
- i) Buat kurva kalibrasi dengan cara memplotkan nilai absorbansi terhadap kandungan P (dalam mikrogram). Kurva tersebut harus linier dengan koefisien korelasi $r \geq 0,995$.

6.2.5.5 Prosedur

- a) Dengan menggunakan Tabel 3 di bawah ini, timbang contoh uji serbuk deterjen dengan ketelitian $\pm 0,1$ mg dalam gelas piala 50 mL:

Tabel 3 - Perkiraan berat contoh uji

% Berat Fosfor yang diperkirakan	Berat contoh uji (W), g	Cuplikan (C), mL	Volume labu ukur (V), mL
0 – 1	10,0	5	100,0
1 – 2	10,0	10	1000,0

- b) Pindahkan ke dalam gelas piala 1 000 mL, tambahkan air bebas mineral hingga volume total mencapai 500 mL;
 c) Tambahkan dengan hati-hati 50 mL asam sulfat pekat ke dalam larutan contoh uji disertai pengadukan secara perlahan;

CATATAN Jika terdapat karbonat, usahakan selama penambahan asam agar pembentukan CO₂ tidak menyebabkan contoh uji meluap.

- d) Panaskan pada penangas air selama 1 jam;
 e) Pindahkan kedalam labu ukur 1000,0 mL, tepatkan dengan air bebas mineral sampai tanda tera;
 f) Pipet cuplikan larutan pada langkah e) (C mL) ke dalam labu ukur (V mL), dengan ukuran sesuai yang tercantum dalam Tabel 1. Larutan tersebut selanjutnya ditepatkan dengan air bebas mineral sampai tanda tera.

CATATAN Kombinasi lain dari cuplikan larutan dan ukuran labu dapat digunakan jika diinginkan. Larutan contoh uji yang diencerkan tersebut harus mengandung sekitar 20 µg sampai 40 µg P/10 mL (2 µg/mL hingga 4 µg/mL).

- g) Pipet 10 mL larutan pada langkah f) ke dalam corong pisah ukuran 250 mL dan pipet 90 mL air.
 h) Tambahkan 2 – 3 tetes larutan indikator fenolftalein dan 3 tetes - 4 tetes larutan NaOH 50%. Tambahkan H₂SO₄ 1 N tetes demi tetes hingga contoh uji tepat menjadi tidak berwarna.
 i) Selanjutnya lakukan langkah c) sampai h).

6.2.5.6 Perhitungan

- a) Hitung persen berat fosfor yang terdapat pada contoh uji dari berat contoh uji awal, dan faktor pengenceran larutan contoh uji, serta mikrogram fosfor yang terukur dalam cuplikan akhir sebagaimana ditentukan dari kurva kalibrasi fosfor sebagai berikut:

$$A = (B \times V) / (W \times C \times 100)$$

Keterangan:

- A adalah persen berat fosfor
 B adalah jumlah fosfor dalam contoh uji yang diukur diperoleh dengan menggunakan kurva kalibrasi, (mikrogram)
 V adalah volume labu ukur yang digunakan (mL)
 W adalah berat contoh uji (g)
 C adalah volume cuplikan larutan contoh uji (mL)

- b) Data dilaporkan dalam pembulatan angka dua desimal; laporkan setiap nilai yang kurang dari 0,005% berat P sebagai 0,00% berat P; laporkan 0,007% berat P sebagai 0,01 % berat P, dan seterusnya;
- c) Konversikan % berat P menjadi % berat P_2O_5 , kalikan nilai % berat P dengan faktor 2,29.
- d) Hitung kadar fosfat sebagai % STPP (natrium tripolifosfat, $Na_5P_3O_{10}$, BM = 368), dengan cara sebagai berikut :

$$\text{STPP Total (\% Berat)} = \% P_2O_5 \text{ dalam contoh uji} \times \frac{2 \times \text{massa molekul relatif STTP (g/mol)}}{3 \times \text{massa molekul relatif } P_2O_5 \text{ (g/mol)}}$$

7 Syarat lulus uji

Produk dinyatakan lulus uji jika sesuai dengan persyaratan mutu pada pasal 4.

8 Penandaan

Pada setiap kemasan harus dicantumkan keterangan sekurang-kurangnya:

- nama barang;
- nama dan alamat perusahaan;
- berat bersih;
- komposisi bahan aktif;
- kode produksi untuk kemasan di atas 200 gram;
- petunjuk cara penggunaan dalam bahasa Indonesia.

9 Pengemasan

Deterjen serbuk dikemas dalam kemasan tertutup, aman selama penyimpanan dan pengangkutan.

**Lampiran A
(informatif)
Contoh lembar data
Lembar data**

1. **Nama laboratorium** :
2. **Tanggal dimulainya pengujian** :
3. **Bahan yang diuji** :
 Nama :
 Konsentrasi larutan induk : mg/L sebagai
 Konsentrasi awal dalam medium, to : mg/L sebagai
4. **Inokulum** :
 Sumber :
 Perlakuan yang diberikan :
 Pengkondisian awal, jika ada :
 Konsentrasi padatan tersuspensi dalam campuran reaksi : mg/L

5. Penentuan karbon organik terlarut (DOC)

Tipe instrumen/metode yang digunakan :

Akan disesuaikan dengan perlakuan

Perlakuan	No. Labu		DOC setelah n hari (mg/L)				
			0	n1	n2	n3	nx
Bahan uji ditambah inokulum	1	a1					
		a2					
		rata-rata, Ca(t1)					
	2	b1					
		b2					
		rata-rata, Cb(t)					
Blanko, inokulum tanpa bahan uji	3	c1					
		c2					
		rata-rata, Cc(t)					
	4	d1					
d2							
		rata-rata, Cd(t)					
		$\text{rata-rata, } C_{b(t)} = \frac{C_{o(t)} + C_{d(t)}}{2}$					

6. Evaluasi terhadap data mentah (raw data) :

No. Labu	Perhitungan terhadap hasil	% Degradasi DOC setelah n hari				
		0	n1	n2	n3	nx
1	$D_1 = \left(1 - \frac{C_{a(t)} - C_{bl(t)}}{C_{a(o)} - C_{bl(o)}} \right) \times 100\%$					
2	$D_1 = \left(1 - \frac{C_{b(t)} - C_{bl(t)}}{C_{b(o)} - C_{bl(o)}} \right) \times 100\%$					
Rata-rata*	$D_t = \frac{D_1 + D_2}{2}$					

3) D1 dan D2 sebaiknya tidak dirata-ratakan jika perbedaan nilai sangat besar

7. Degradasi bahan pembanding

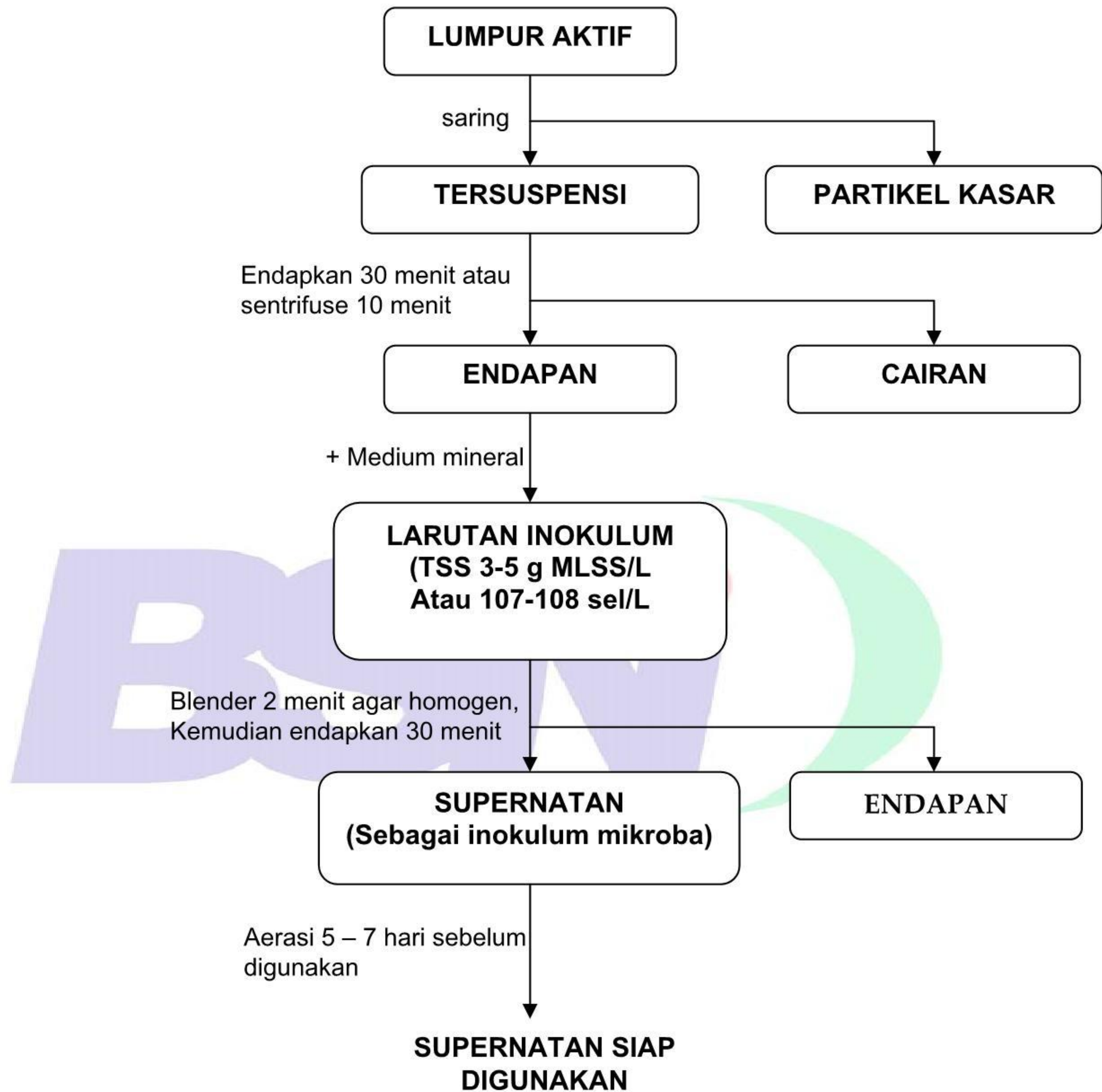
Item	Waktu (hari)	
	0	14
Konsentrasi DOC (mg/L)	T(o)	T(t)
Persentase biodegradasi (%)		

8. Degradasi abiotik : (jika dilakukan)

Item	Waktu (hari)	
	0	14
Konsentrasi DOC (mg/L) dalam kontrol steril	Cs(o)	Cs(t)
Persentase biodegradasi (%)		

9. Degradasi kontrol toksisitas bahan uji : (jika dilakukan)

Item	Waktu (hari)	
	0	14
Konsentrasi DOC (mg/L)	T(o)	T(t)
Persentase biodegradasi (%)		

**Lampiran B
(informatif)****Bagan alir persiapan inokulum**

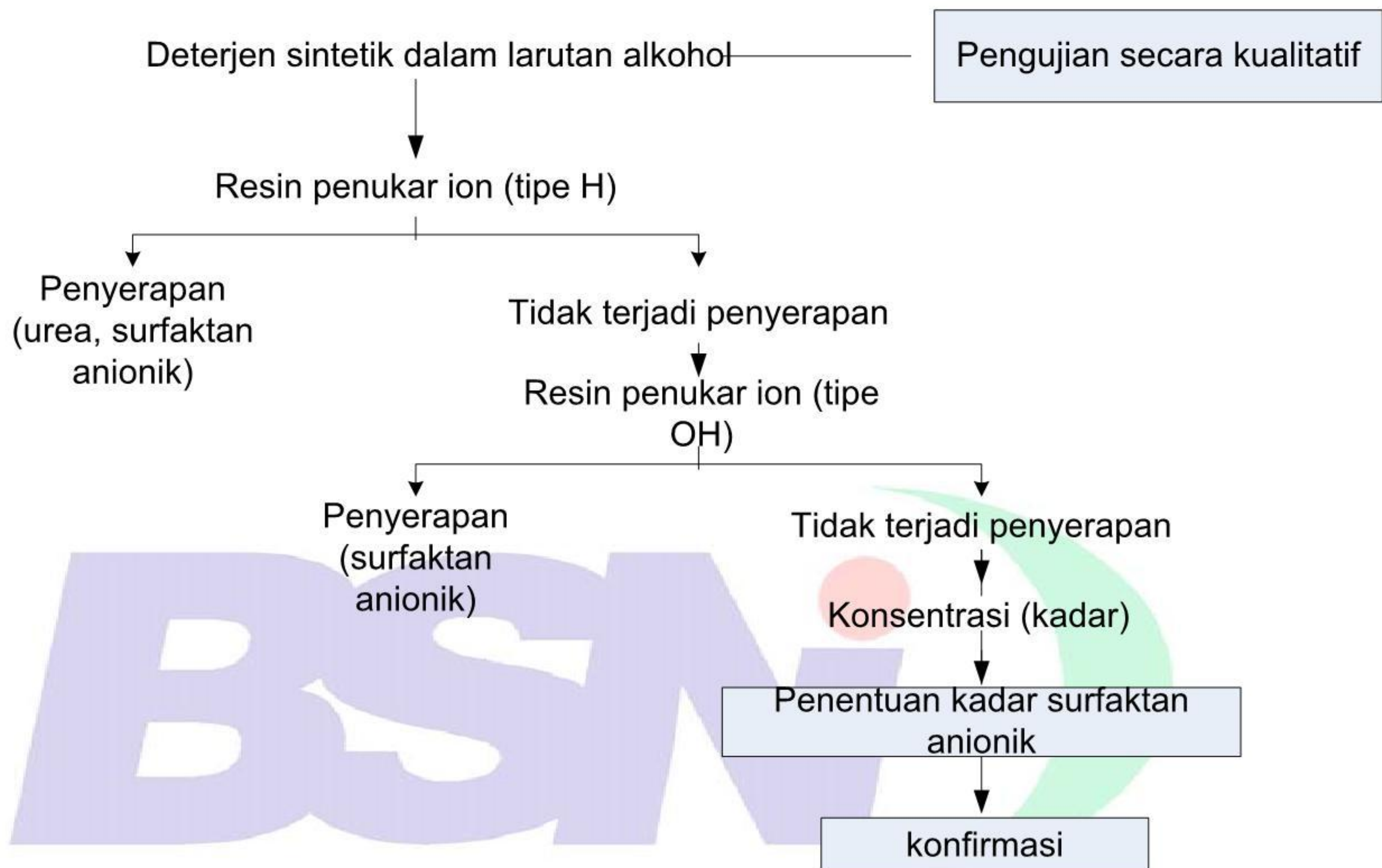
Lampiran C (informatif)

Perlakuan uji biodegradasi surfaktan

**Tabel C.1 - Perlakuan uji biodegradasi surfaktan,
(*Ready biodegradability test*, OECD, 1992)**

Bahan	Labu <i>Erlenmeyer</i> 300 mL				
	A & B	C & D	E	F	H
Surfaktan, mg/L	10 - 40	-	-	10 - 40	-
Medium mineral, ml	200	200	200	200	-
Bahan pembanding, mg/L	-	-	10 - 40	10 - 40	-
Inokulum,mg/L SS	< 30	< 30	< 30	< 30	-
Surfaktan & medium steril	-	-	-	-	10 – 40 200



**Lampiran D
(Informatif)****Kromatografi Penukar Ion**

Bibliografi

Analisis DOC dilakukan menurut *Standard Water and Wastewater 21st Edition, 2005: Total Organic Carbon, Method 5310*.

ISO 2271 – 1989 (E), *Surface active agents – Deterjents – Determination of anionic – active matter by manual or mechanical direct two-phase titration procedure*

ISO 4316 – 1977 (E), *Surface active agents – Determination of pH of aqueous solutions – potentiometric method*

JIS K 3362 – 1990, *Testing methods for synthetic deterjents*. (cek edisi terbaru)

SNI 7554.1.1:2010, *Deterjen-Bagian 1: Serbuk-Seksi 1: Cara uji biodegradabilitas surfaktan berdasarkan karbon organik terlarut*.

SNI 7554.1.5:2010, *Deterjen-Bagian 1: Serbuk-Seksi 5: Cara uji kadar fosfat total secara spektrofotometri*.

Annual Book of ASTM Standards 2001, Volume 15.04, *Soaps and deterjents; polishes; leather; resilient floor coverings*.

OECD Guideline for Testing of Chemicals, 301 Adopted: 17.07.92







BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id